

日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

#2
8-240



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

1999年 6月 3日

出願番号

Application Number:

平成11年特許願第156274号

出願人

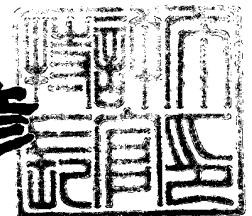
Applicant(s):

信越化学工業株式会社

2000年 2月25日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤隆彦



出証番号 出証特2000-3010748

【書類名】 特許願

【整理番号】 P111040

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C03B 8/04

【発明者】

 【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越化学工業株式
会社 精密機能材料研究所内

 【氏名】 飛坂 優二

【発明者】

 【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越化学工業株式
会社 精密機能材料研究所内

 【氏名】 津村 寛

【発明者】

 【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越化学工業株式
会社 精密機能材料研究所内

 【氏名】 島田 忠克

【発明者】

 【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越化学工業株式
会社 精密機能材料研究所内

 【氏名】 平沢 秀夫

【特許出願人】

 【識別番号】 000002060

 【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100062823

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 山本 亮一

 【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】

【識別番号】 100093735

【弁理士】

【氏名又は名称】 荒井 鐘司

【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】

【識別番号】 100108143

【弁理士】

【氏名又は名称】 嶋崎 英一郎

【電話番号】 03-3270-0858

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006161

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9722699

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 多孔質ガラス母材の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 冷却媒体流路を備えた反応容器内にて、酸水素火炎中でガラス原料ガスを気相加水分解して生成させたガラス微粒子を出発基材へ堆積させる際、該冷却媒体流路中に防錆剤を含む水を流して反応容器を冷却しながらガラス微粒子堆積体を形成することを特徴とする多孔質ガラス母材の製造方法。

【請求項 2】 前記防錆剤が、ポリカルボン酸亜硝酸塩を含む請求項 1 に記載の多孔質ガラス母材の製造方法。

【請求項 3】 前記防錆剤が、ポリカルボン酸亜硝酸塩と無機窒素化合物を含む請求項 1 に記載の多孔質ガラス母材の製造方法。

【請求項 4】 冷却媒体流路中に流す水に添加するポリカルボン酸亜硝酸塩、無機窒素化合物の添加量をそれぞれ 1 ～ 1 0 p p m とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の多孔質ガラス母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光ファイバーの原材料として使用されるガラス母材を製造するための多孔質ガラス母材の製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

光ファイバーは、太径のガラス母材を縮径したガラスロッド、いわゆる光ファイバプリフォームを線引きして製造される。この太径のガラス母材は、軸付け法（VAD法）や外付け法（OVD法）で製造された多孔質母材を熱処理により、焼結し、透明ガラス化して得ている。

【0 0 0 3】

図 1 は、外付け法により多孔質ガラス母材を製造する装置を示している。

反応容器 1 内には、出発基材である基材ガラス棒 2 がその両端を基材把持具 3 で支持された状態で配置されている。

基材ガラス棒 2 へのガラス微粒子の堆積は、ガラス微粒子合成用バーナー（以下、単にバーナーという）4 を用いてガラス原料ガスを酸水素火炎中で気相加水分解反応させ、ガラス微粒子（スート）を生成させながら、基材ガラス棒 2 の周面にガラス微粒子を噴きつけて径方向に堆積させることにより行われ、スート体 5 が形成される。これを所定の外径が得られるまで、基材ガラス棒 2 を回転機構 6 で回転させながら、基材ガラス棒 2 の長手方向に沿って、バーナー 4 をその移動機構 7 で往復運動させ堆積を続ける。燃焼排ガスは、排気フード 8 により反応容器 1 外へ排気される。

【0004】

この過程で、堆積効率を維持するとともに、スート体 5 とバーナー 4 との接触を防止するため、スート体 5 の成長に合わせ、スート体 5 とバーナー 4 との間の距離はバーナー位置調整機構 9 により調整される。また、スート体 5 の成長とともに外径が大きくなり、外周面積は増大するが、これに合わせてスート体 5 への単位面積当たりの供給熱量を維持する必要がある、バーナー 4 への水素や酸素などの燃焼用ガスを増していくこととなる。

近年、多孔質ガラス母材の大型化にともない、燃焼されるガス量が増大し、反応容器 1 の受ける熱量が増している。

【0005】

反応容器は、輻射熱を各部分が均等に受けるわけではなく、熱量が増大すると、反応容器の熱的ストレスが増大して、反応容器を破損したり、ライフに大きく影響を与える。反応容器が破損すると、これを構成している板材や断熱材の微細断片がスート体に混入することがあり、最終製品である光ファイバの伝送損失の増大や断線の原因となる。

反応容器のライフを延ばすには、反応容器の受ける熱量を減らす必要があるが、燃焼用ガスを減らすことはスート体の密度を低下させ、スート体の製造途中あるいは搬送途次での破損を招く。また、密度が低下するとスート体の径が太径となり、装置の大型化が必要となる等の問題がある。

この対策として、水を冷却媒体として反応容器そのものの温度を下げ、反応容器を保護している。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

反応容器を冷却する場合、冷却用パイプの反応容器に対する伝熱面積と使用する冷却媒体の選定が重要である。

伝熱面積は、反応容器を2重構造いわゆるジャケット構造とし、全体に冷却媒体を流す方法があるが、除熱バランスの調整が困難である。また、反応容器が破損すると、冷却媒体が反応容器内に漏れるという問題がある。このため実際には、反応容器の外側に冷却用のパイプを取付けて冷却しているが、このような限られた伝熱面積で反応容器の除熱を行うには、熱交換効率の良い媒体が必要となる。この冷却用媒体として、反応容器が100℃以上になるところもあるため、沸点の関係で鉱物油等が挙げられるが、水に比べて1/5の伝熱能力しかないため効率的ではない。

【0007】

また、冷却媒体に水を使用する場合、あらたに腐食の問題が発生する。水を使用する冷却装置では、空気との接触により常に酸素が冷却水中に供給され、この酸素と高い温度が原因で腐食作用が強く、錆の発生を助長させる。発生した錆は、装置や冷却系の寿命を縮めるだけでなく、冷却系の配管内壁に堆積し、熱伝達率を低下させたり、管路を狭めて流量を減少させ、熱交換効率の低下を引き起こす。

本発明は、反応容器に取り付けられた冷却系の配管内壁への錆の発生、堆積を防止して、熱交換効率の低下を防止することのできる多孔質ガラス母材の製造方法を提供することを課題としている。

【0008】

【課題を解決するための手段】

通常、冷却媒体に水を使用する場合、腐食作用を受けにくくするため、冷却媒体流路となる配管などには腐食に強い材質のものが使用されるが、この場合、装置が非常に高価になる。ちなみに、通常腐食されにくいとされるステンレス鋼であっても錆は生ずる。

そこで、本発明者等は水に防錆剤として、ポリカルボン酸亜硝酸塩を含むもの

、より好ましくはポリカルボン酸亜硝酸塩と無機窒素化合物とを含むものを使用することにより、高温の水でも腐食が進まないことを発見して本発明を完成した。

【0009】

すなわち、本発明の多孔質ガラス母材の製造方法は、冷却媒体流路を備えた反応容器内にて、酸水素火炎中でガラス原料ガスを気相加水分解して生成させたガラス微粒子を出発基材へ堆積させる際、冷却媒体流路中に防錆剤を含む水を流して反応容器を冷却しながらガラス微粒子堆積体を形成することを特徴としている。

防錆剤としては、ポリカルボン酸亜硝酸塩を含むもの、またはポリカルボン酸亜硝酸塩と無機窒素化合物を含むものを使用し、これらの冷却用水への添加量は、それぞれ1～10ppm程度が好ましい。添加量が1ppm未満では所望の効果が得られず、10ppmを超えると効果は一定となり、また多量に加え過ぎると媒体管路や熱交換器内で析出するという問題を生じ、好ましくない。

【0010】

【発明の実施の形態】

本発明の実施形態を実施例にもとづき図面を用いてさらに詳細に説明する。

【0011】

【実施例】

図2は、本発明の多孔質ガラス母材製造装置の一例を示す概略横断面図であり、反応容器の器壁に冷却媒体流路としての冷却用パイプ及び断熱材が取り付けられている。

本実施例では、基材ガラス棒2の軸と並行に25mm角のステンレス製の冷却用パイプ11を100mm間隔で反応容器1の器壁12に沿って設置し、図3に示すように、冷却用パイプ11を300mmピッチでバンド13を用いて固定（点溶接）し、冷却用パイプ11の両サイドにサーモセメント14を盛り、熱伝導面積を稼ぐ構造とした。さらに、反応容器1の器壁12及び冷却用パイプ11の背面に Al_2O_3 と SiO_2 を主原料とする断熱材16を取り付け、これらを包むように外壁15を設けて、器壁12と外壁15の間を完全に密封した。

【0012】

冷却用パイプ中に流す冷却媒体として、ポリカルボン酸亜硝酸塩 6 p p m、無機窒素化合物 5 p p m に調製されたトラルファムウォーター：KH5000（シンセイ冷却システム社製）を使用した。この冷却水の流量を調節し、冷却水の温度を 50℃ に保持して、多孔質ガラスの製造を行ったところ、反応容器内壁の温度は 200℃ 以下に抑えられ、図 4 に示すように、3 ヶ月間使用し続けた場合でも、従来生じていた冷却効果の低下や茶色の汚濁は認められず、冷却装置機材の腐食を抑えることができた。

【0013】

なお、本実施例では、冷却水の温度を 50℃ で保持するように冷却水の流量を調節したが、反応容器内の結露と冷却効率を考えると、40～90℃、好ましくは 50～80℃ の冷却水を用いることが望ましい。

また、本実施例では明記しなかったが、冷却媒体は交換されることなく、閉鎖系内を長期間循環使用されるため、装置内には錆の他に雑菌の繁殖という問題がある。このため、人体に悪影響を与える細菌などの増殖を抑制する添加物を加えることにより、装置周りの環境を良くすることも重要である。このような機能を持つ、ポリカルボン酸亜硝酸塩に加えて細菌増殖抑制剤を含有する防錆剤レジオクラッシュ（アクアス社製）を使用してもよい。

【0014】

【発明の効果】

本発明の多孔質ガラス母材の製造方法は、上記構成としたことにより、冷却装置及びその冷却系の配管の腐食が抑えられ、また水と同等の熱交換率を保つことができるため、多孔質ガラス母材の大型化に伴う熱量の増大に対応でき、生産性を向上させることができた。また、反応容器の外壁から外部へ放出される熱量が抑えられることで、作業環境が改善され、かつ空調の負荷が軽減された。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 外付け方による多孔質ガラス母材製造装置を示す概略構成図である。

【図 2】 本発明になる反応容器の概略横断面図である。

【図 3】 本発明になる反応容器の器壁の詳細を示す部分断面図である。

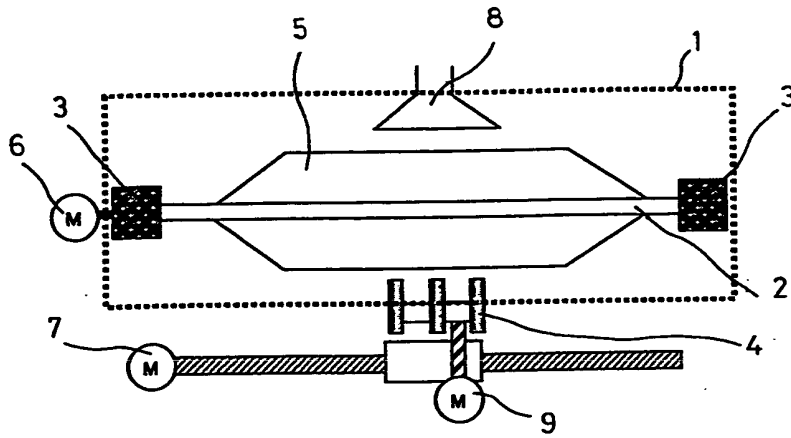
【図 4】 反応容器外への、本発明の実施例と比較例との除熱割合の変化を示す比較図である。

【符号の説明】

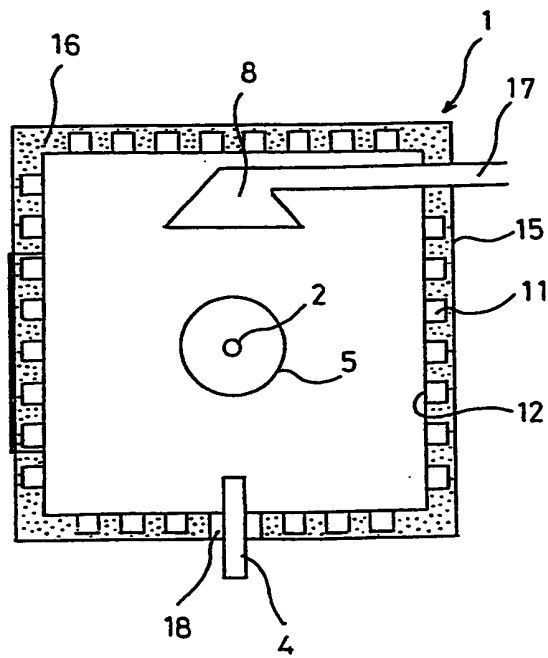
- 1 反応容器
- 2 基材ガラス棒
- 3 基材把持具
- 4 バーナー
- 5 スート体
- 6 回転機構
- 7 移動機構
- 8 排気フード
- 9 バーナー位置調整機構
- 1 1 冷却用パイプ
- 1 2 器壁
- 1 3 バンド
- 1 4 サーモセメント
- 1 5 外壁
- 1 6 断熱材
- 1 7 排気口
- 1 8 バーナー用開口部（空気取入れ口）

【書類名】 図面

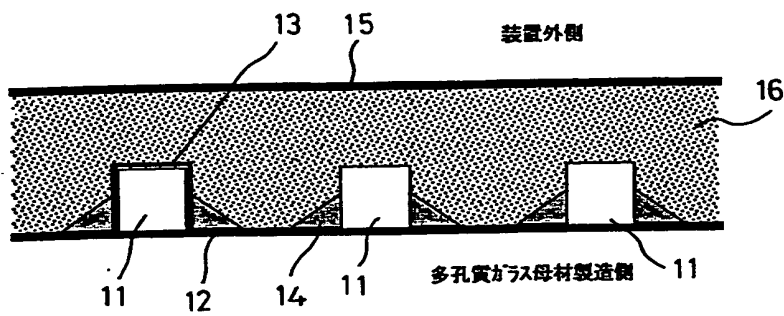
【図 1】



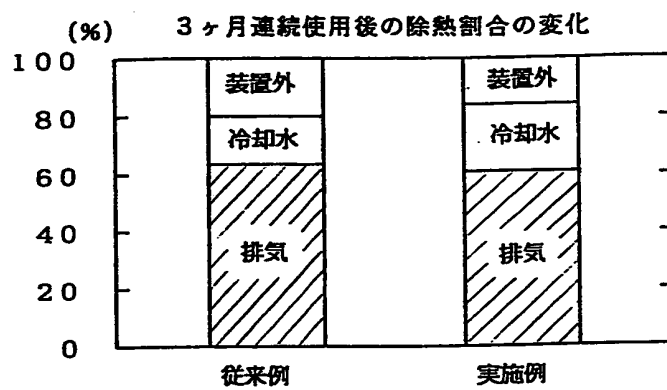
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 反応容器に取り付けられた冷却系の配管内壁への錆の発生、堆積を防止して、熱交換効率の低下を防止することのできる多孔質ガラス母材の製造方法を提供する。

【解決手段】 冷却媒体流路を備えた反応容器 1 内にて、酸水素火炎中でガラス原料ガスを気相加水分解して生成させたガラス微粒子を出発基材へ堆積させる際、該冷却媒体流路中に防錆剤を含む水を流して反応容器 1 を冷却しながらガラス微粒子堆積体 5 を形成することを特徴としている。

【選択図】 図 2

認定・付加情報

特許出願の番号	平成11年 特許願 第156274号
受付番号	59900524186
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成11年 6月 7日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成11年 6月 3日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日
[変更理由] 新規登録
住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
氏 名 信越化学工業株式会社